

化学试剂中氯化物浊度计法测定操作指南

The manual for the determination of chloride in chemical reagent by
turbidity meter

(征求意见稿)

(本草案完成时间: 2021.05.25)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

前 言

目前测定化学试剂中氯化物的标准方法为国家标准GB/T 9729-2007，采用目视方法测定。该方法不能准确测定氯化物含量，只能粗略的主观判断氯化物含量，属于半定量方法，且当氯化物浓度达到标准临界值时，无法准确判断是否超标，测定结果误差较大，不适用于氯化物含量的准确测定和临界值的判断。另一方面，氯化物测定常用的方法还有分光光度法、离子色谱法，这些方法过程复杂且要求配备昂贵的精密分析仪器。综合各方面因素，建立一种操作简单、快速准确、成本低廉的测定氯化物含量的方法是十分具有实际意义的。

本方法基于氯化物国标检测方法的原理，采用技术成熟、价格低廉的浊度计，通过测定不同氯化物含量和溶液所呈浊度值的对应关系，建立标准曲线，准确定量出氯化物的含量。方法成熟、易于操作、灵敏度高、线性良好、准确度高、精密度好，能够满足化学试剂及部分化工产品中氯化物含量准确测定的需求，并可在相关企业、检验机构大规模推广使用。

本标准按照GB/T 1.1-2020和GB/T 1.2-2020给出的规则起草。

本标准由辽宁省市场监督管理局提出并归口。

本标准由辽宁省市场监督管理局发布。

本标准主要起草单位：辽宁省检验检测认证中心。

本标准主要起草人：曹轶男、任克京、刘婷芳、姜洋海、赵小兵、戚作秋、王计宝、石艳、孙明伟、吴凌宇、高成凤、李蓉华、陈莹、赵飞、苏莉、杨爱慧、张晓筱、徐广大、张亭亭、黄灿

化学试剂中氯化物浊度计法测定操作指南

1 范围

本标准规定了测定氯化物的浊度计方法。

本标准适用于化学试剂中微量氯化物的测定。检测范围为 1.0 μ g~185 μ g。

化工产品中氯化物测定可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 6684 化学试剂 30%过氧化氢
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 2306 化学试剂 氢氧化钾
- GB/T 1282 化学试剂 磷酸
- GB/T 1272 化学试剂 碘化钾
- GB/T 696 化学试剂 脲
- GB/T 685 化学试剂 甲醛
- GB/T 682 化学试剂 三氯甲烷
- GB/T 681 化学试剂 丙三醇
- GB/T 676 化学试剂 乙酸
- GB/T 670 化学试剂 硝酸银
- GB/T 643 化学试剂 高锰酸钾
- GB/T 631 化学试剂 氨水
- GB/T 629 化学试剂 氢氧化钠
- GB/T 626 化学试剂 硝酸
- GB/T 625 化学试剂 硫酸
- GB/T 620 化学试剂 氢氟酸
- GB/T 603 化学试剂 试剂方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- HG/T 3340 化学试剂 铬酸钾

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 化学试剂 **chemical reagent**

在化学试验、化学分析、化学研究及其它试验中使用的各种纯度等级的化合物或单质。

3.2 氯化物 **chloride**

在无机化学领域里，是指带负电的氯离子和其它元素带正电的阳离子结合而形成的盐类化合物。

3.3 浊度计 turbidity meter

用于测量悬浮于水或透明液体中不溶性颗粒物质所产生的光的散射程度，并能定量表征这些悬浮颗粒物质的含量。采用NTU作为浊度计量单位。

4 方法原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液浑浊，其浊度与氯化物含量成线性关系，通过浊度计测定溶液浊度值，进行定量。

5 试剂和材料

5.1 本标准除另有规定外，所用标准溶液、试剂及制品，均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

5.3 除作为样品的试剂外，其他所用试剂纯度均为分析纯（含分析纯）及以上。

5.4 氯化物标准溶液储备液，100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ：称取 0.165g 于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的氯化钠，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

5.5 氯化物标准工作溶液，10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ：临用前，将 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氯化物标准溶液稀释 10 倍。

6 仪器设备

6.1 烧杯、石英皿、塑料烧杯、锥形瓶等实验室常规器皿。

6.2 浊度计：最小示值 0.01NTU，配有 400NTU 福尔马肼浊度标准溶液。

7 测定

7.1 样品前处理

7.1.1 化学试剂 氢氟酸

在塑料杯中，加 15.0mL 硼酸溶液（40g/L），加 1g（优级纯加 2g）样品，精确至 0.01g，用水稀释至 20mL。

7.1.2 化学试剂 硫酸

量取 15mL（27g）样品，精确至 0.01g，注入 5.0mL 水中，冷却。

7.1.3 化学试剂 硝酸

量取 143mL（200g）样品，精确至 0.01g，注入石英皿中，加 0.1g 无水碳酸钠，在水浴上蒸发至干，用热水溶解残渣，稀释至 40mL。从上述溶液中取 4mL，稀释至 20mL。

7.1.4 化学试剂 氢氧化钠

迅速称取 25g 样品，精确至 0.01g，置于锥形瓶中，加 200mL 无二氧化碳的水，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，溶解后，冷却，移入 250mL 容量瓶中，稀释并定容。取 5.0mL 上述溶液，用 25%硝酸溶液中和，稀释至 20mL。

7.1.5 化学试剂 氨水

量取 68mL（60g）样品，精确至 0.01g，加 1.0mL 碳酸钠溶液（50g/L），于水浴上蒸干，用水溶解残渣，稀释至 30mL。取 10.0mL 上述溶液，稀释至 20mL。

7.1.6 化学试剂 高锰酸钾

称取 1g 样品，精确至 0.01g，加 20mL 水，2.0mL 硝酸，加热溶解，冷却，滴加 2.0mL “30%过氧化氢”至溶液无色，稀释至 40mL。取 20.0mL 上述溶液供测定。

7.1.7 化学试剂 乙酸

量取 9.5mL (10g) 样品，精确至 0.01g，加 0.1mL 碳酸钠溶液 (50g/L)，水浴蒸干，残渣溶于水，稀释至 20mL。

7.1.8 化学试剂 三氯甲烷

量取 6.8mL (10g) 样品，精确至 0.01g，置于分液漏斗中，加 20mL 水，振摇 1 min，静置分层，取水相于比色管中，用水稀释至 20mL。

7.1.9 化学试剂 甲醛

量取 9.3mL (10g) 样品，精确至 0.01g，用水稀释至 20mL。

7.1.10 化学试剂 丙三醇

量取 50mL (62.5g) 样品，精确至 0.01g，溶于水，稀释至 100mL。取 8.0mL 上述溶液，用水稀释至 20 mL。

7.1.11 化学试剂 脲

称取 2g 样品，精确至 0.01g，溶于 20mL 水中。

7.1.12 化学试剂 碘化钾

称取 1g 样品，精确至 0.01g，溶于 100mL 水中，加 1.0mL “30%过氧化氢”、1.0mL 磷酸，煮沸至溶液无色，冷却，加 0.5mL “30%过氧化氢”，加热至过氧化氢分解完全，冷却，稀释至 100mL。取上述溶液 10.0mL，用水稀释至 20mL。

7.1.13 化学试剂 磷酸

称取 5g 样品，精确至 0.01g，稀释至 20mL。

7.1.14 化学试剂 氢氧化钾

迅速称取 10g 样品，精确至 0.01g，置于锥形瓶中，加 200mL 无二氧化碳的水，立即用带有钠石灰的胶塞塞紧，溶解后，冷却，移入 250mL 容量瓶中，稀释至刻度。量取 5.0mL 上述溶液，用 25%硝酸溶液中和，稀释至 20mL。

7.1.15 化学试剂 30%过氧化氢

量取 18.0mL (20g) 样品，精确至 0.01g，用水稀释至 20mL。

7.1.16 化学试剂 硝酸银

称取 2g 样品，精确至 0.01g 溶于 20mL 水中。

7.1.17 化学试剂 铬酸钾

称取 1g 样品，精确至 0.01g 溶于 20mL 水中（必要时过滤）。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 分别取 0.00、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00mL 的 10.0 μ g/mL 氯化物标准溶液于 7 支 25mL 具塞比色管中，用水稀释至 20mL。

7.2.2 加 1.0mL 硝酸溶液 (50%)，1.0mL 硝酸银溶液 (17g/L)，用水稀释至 25mL，摇匀，即得浓度为 0.00、0.04、0.08、0.20、0.40、0.80、1.60 μ g/mL 的氯化物标准系列溶液。

7.2.3 于暗处放置 20min 后，用浊度计进行测定。

7.2.4 以氯化物浓度 (μ g/mL) 为横坐标，以所测定浊度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3 样品测定

取制备好的样品溶液，向其中加 1.0mL 硝酸溶液 (50%)，1.0mL 硝酸银溶液 (17g/L)，用水稀释至 25mL，摇匀，于暗处放置 20min 后，用浊度计进行测定。在绘制的标准曲线上，查得对应的氯化物浓度 (μ g/mL)。

8 结果计算

氯化物的质量分数 w ，数值以“%”表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{25C \times 10^{-6}}{m} \times 100\%$$

式中：C—样品溶液中氯化物含量，单位为微克（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

25—样品溶液的体积数，单位为 mL；

m—样品质量的数值，单位为克（g）；

9 说明

- 9.1 被测溶液应沿试样瓶壁小心倒入，防止产生气泡，影响测量准确性。
- 9.2 对于其它种类化学试剂的氯化物测定，检测方法原理相同时，此方法同时适用。
- 9.3 本法的检出限为 $0.2\mu\text{g}$ ，精密度为 $0.9\% \sim 2.4\%$ ，回收率为 $95.6\% \sim 97.9\%$ 。
- 9.4 样品前处理时，要注意强酸、强碱、易挥发物质对人体造成的危害。
- 9.5 实验过程产生废液要集中统一处理，不可随意排放。

